

29. 9. 2004

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2003年10月14日  
Date of Application:

出願番号 特願2003-354099  
Application Number:  
[ST. 10/C]: [JP2003-354099]

出願人 株式会社村田製作所  
Applicant(s):

REC'D 26 NOV 2004

WIPO

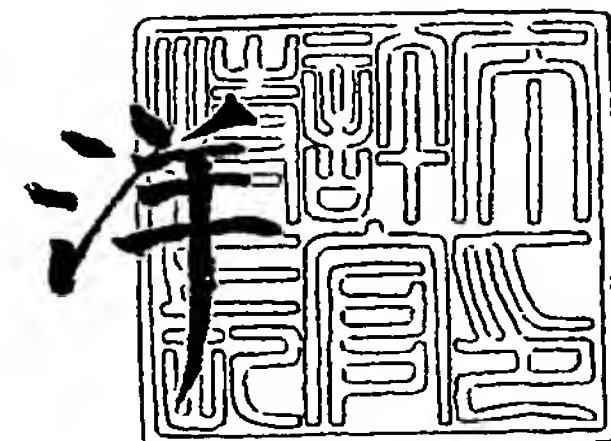
PCT

PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b).

2004年11月12日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小川



【書類名】 特許願  
【整理番号】 33-0801  
【提出日】 平成15年10月14日  
【あて先】 特許庁長官殿  
【国際特許分類】 B22F 9/16  
H01B 1/02

【発明者】  
【住所又は居所】 京都府長岡京市天神二丁目 2 6 番 1 0 号 株式会社村田製作所内  
【氏名】 上田 聖子

【発明者】  
【住所又は居所】 京都府長岡京市天神二丁目 2 6 番 1 0 号 株式会社村田製作所内  
【氏名】 中村 一郎

【発明者】  
【住所又は居所】 京都府長岡京市天神二丁目 2 6 番 1 0 号 株式会社村田製作所内  
【氏名】 桜田 清恭

【特許出願人】  
【識別番号】 000006231  
【氏名又は名称】 株式会社村田製作所  
【代表者】 村田 泰隆

【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 005304  
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】  
【物件名】 特許請求の範囲 1  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 要約書 1

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

銅粉体の表面をシリカで覆う工程と、  
前記シリカで覆った銅粉体の表面にシランカップリング剤を用いて重合反応基を吸着させる工程と、  
前記重合反応基を吸着させた銅粉体と、重合性単量体と、重合開始剤と、分散剤とを、溶媒中で混合し、前記重合反応基に重合性単量体を重合させて、前記シリカで覆われた銅粉体表面を重合樹脂で被覆する工程と  
を有することを特徴とする、樹脂被覆銅粉体の製造方法。

**【請求項 2】**

前記樹脂被覆銅粉体が、回路形成用トナーとして用いられることを特徴とする、請求項 1 に記載の樹脂被覆銅粉体の製造方法。

**【請求項 3】**

銅粉体からなる芯材と、該芯材の周囲がシリカで覆われ、該シリカに覆われた芯材が、さらに樹脂で被覆されていることを特徴とする、樹脂被覆銅粉体。

**【請求項 4】**

前記樹脂被覆銅粉体が、回路形成用トナーとして用いられることを特徴とする、請求項 3 に記載の樹脂被覆銅粉体。

【書類名】明細書

【発明の名称】樹脂被覆銅粉体の製造方法、および樹脂被覆銅粉体

【技術分野】

【0001】

本発明は、樹脂被覆銅粉体の製造方法、および樹脂被覆銅粉体に関する。より具体的には、電子写真技術を利用して電気回路や電極など、広く導体パターンを形成する際に用いる回路形成用トナーであって、樹脂被覆銅粉体の製造方法、および樹脂被覆銅粉体に関する。

【背景技術】

【0002】

各種基板に導体パターンや電極を、電子写真法を用いて形成する際に、導電性材料を絶縁性合成樹脂で被覆して、たとえば、回路形成用トナーとしたものが用いられている。

【0003】

具体的には、たとえば、特許文献1には、導電性材料と、中和により自己水分散性となりうる非水溶性樹脂との混合物を、中和剤の存在下で乳化して得られる水性分散液(I)と、中和により自己水分散性または水性となる酸性基を有する樹脂を塩基性中和剤の存在下で転相乳化して得られる水性分散液(II)を調整し、(I)および(II)の均一混合溶液に酸を加えることにより、導電体被覆樹脂粒子の表面に酸性基を有する樹脂を付着あるいは析出させ、固着させることを特徴とする、回路形成用トナーの製造方法が提案されている。

【特許文献1】特開2001-154397号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかしながら、上記した製造方法を用いて作製された回路形成用トナーは、導電性材料に樹脂を被覆する工程において、水性分散液(I)、(II)およびその混合溶液のpHの制御が必要であり、また、被覆する導電性材料表面の性質(組成など)の影響を大きく受けるため、前記pHや表面の性質がわずかに変化しただけで、樹脂による被覆が不十分となる。また、被覆が不十分な場合、回路形成用トナーとして使用する際に、粉体トナー同士の摩擦や衝突により、導電性材料の表面に固着した樹脂が剥離するという問題があった。

【0005】

そこで、本発明の目的は、導電性材料としての銅粉体に樹脂を被覆する工程において、反応溶液のpHや銅粉体表面の性質の影響を受けず、また、シリカで銅粉体を被覆することで、さらに被覆した樹脂が容易に剥離しない樹脂被覆銅粉体の製造方法を提供しようとするところである。さらには、該製造方法を用いた樹脂被覆銅粉体を提供しようとするところである。

【課題を解決するための手段】

【0006】

上記目的を達成するため、本発明の樹脂被覆銅粉体の製造方法は、銅粉体の表面をシリカで覆う工程と、前記シリカで覆った銅粉体の表面にシランカップリング剤を用いて重合反応基を吸着させる工程と、前記重合反応基を吸着させた銅粉体と、重合性単量体と、重合開始剤と、分散剤とを、溶媒中で混合し、前記重合反応基に重合性単量体を重合させて、前記シリカで覆われた銅粉体表面を重合樹脂で被覆する工程とを有することを特徴とする。

【0007】

また、本発明の樹脂被覆銅粉体は、銅粉体からなる芯材と、該芯材の周囲がシリカで覆われ、該シリカに覆われた芯材が、さらに樹脂で被覆されていることを特徴とする。

【0008】

そして、上記樹脂被覆銅粉体は、回路形成用トナーとして用いられることを特徴とする

## 【発明の効果】

## 【0009】

本発明の樹脂被覆銅粉体の製造方法を用いれば、銅粉体へ樹脂被覆を行う際の反応溶液のpHや銅粉体表面の性質の制御を必要とせず、かつ銅と樹脂の密着力に優れた樹脂被覆銅粉体を得ることができる。このようにして得た樹脂被覆銅粉体は、各種の用途に応用されるが、例えば、回路形成用トナーとして使用が可能であり、回路パターンを印刷するとき、被覆した樹脂が剥離せず、印刷特性の良好な銅粉体を得ることができる。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0010】

## 【実施例1】

## 【0011】

以下、本発明の樹脂被覆銅粉体の製造方法、および樹脂被覆銅粉体について説明する。

## 【0012】

## (1) シリカで被覆した銅粉体の作製

まず、表面を酸化処理した銅粉体と、Siのアルコキシドを出発原料としたシリカ被覆剤、たとえば、メトキシシラン、またはTEOS（テトラエトキシシラン）—アンモニア水混合溶液（表1においては、シリカ被覆剤として表記した。）をエタノール中で混合し、減圧乾燥した。次に、温度85℃、湿度85%に保たれたオーブン中で1時間以上放置し、銅粉体の表面をシリカで被覆した（試料番号1～4）。なお、このとき、銅粉体は表面を酸化処理していなくてもよく、また、銅粉体をシリカで被覆した後に、シリカ被覆剤の加水分解反応を促すために、さらに加湿処理を加えてもよい。

## 【0013】

## (2) シリカで被覆した銅粉体への重合反応基の吸着

前記シリカで被覆した銅粉体10gと、シランカップリング剤として、3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン0.5gを、エタノール溶液中で1時間還流させ、シリカで被覆した銅粉体の表面に、さらに、重合反応基（メタクリル基）を吸着させた（試料番号1～4、5～6）。試料番号4については、3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシランの代わりにメルカプトシランカップリング剤（重合反応基としてはメルカプト基）を用いた。

## 【0014】

なお、上記実施例においては、重合反応基をシリカで被覆した銅粉体表面に吸着させるシランカップリング剤として、メタクリルシランカップリング剤とメルカプトシランカップリング剤を用いたが、前記以外のシランカップリング剤、たとえば、ビニルトリメトキシ、ビニルジメトキシ、ビニルジエトキシシラン等のシランカップリング剤として用いられているものであれば、特に限定しない。

## 【0015】

## (3) 重合反応基を吸着させた銅粉体への樹脂の吸着

前記重合反応基を吸着させた銅粉体（試料番号1～6）と、分散剤としてヒドロキシプロピルセルロース4gとを、エタノール100g中で分散し、エタノール混合溶液とした。次に、前記エタノール混合溶液を60℃に加熱し、30分間攪拌した後、さらに前記エタノール混合溶液に、重合性単量体としてスチレン20gと、重合開始剤（日本ヒドラジン製ABN-v）0.5gを加えて、6時間、重合反応を継続させた。この操作により、シリカ被覆した銅粉体表面に吸着した重合反応基と、前記スチレンが重合し、シリカ被覆した銅粉体表面に重合反応基を介して、樹脂が吸着（被覆）される。6時間、反応継続後にエタノール混合溶液を、エタノール100ml中へ徐々に滴下して、エタノール混合溶液中の重合反応を停止させた。

## 【0016】

なお、シリカ被覆した銅粉体表面への樹脂の吸着において、分散剤は本発明の実施例で



用いたヒドロキシプロピルセルロース以外の高分子分散剤、たとえば、ポリビニルアルコールやヒドロキシエチルセルロースなどでもよい。

#### 【0017】

また、本発明において重合性単量体は、スチレン以外のラジカル重合により、樹脂が得られるもの、たとえば、エチレン、プロピレン等のモノオレフィン類、 $\alpha$ -スチレン等のスチレン類、アクリル酸エチル等のアクリル酸エステル類等でもよい。

#### 【0018】

前記エタノール混合溶液を静置し、上澄み液を廃棄した後、新たにエタノール 100 ml を加えて攪拌する樹脂被覆銅粉体の洗浄作業を 3～4 回行い、目的とする樹脂被覆銅粉体を得た。

#### 【0019】

(4) 樹脂被覆銅粉体の樹脂被覆状態の評価

前記樹脂被覆銅粉体のエッチング耐性については、エッチング液（10%濃度の過硫酸アンモニウム水溶液）中に、樹脂被覆銅粉体を 24 時間浸漬させた後、遠心分離機にて、エッチングされなかった樹脂被覆銅粉体を回収した。ここで、エッチングされなかった樹脂被覆銅粉体が回収できた場合は○、全く回収できなかった場合は×で示した。

#### 【0020】

前記樹脂被覆銅粉体の印刷性は、本発明で得られた樹脂被覆銅粉体を少なくとも含む現像剤を作製した後、電子写真法を用いて紙に印刷し、非印刷部にまで粉体トナーが飛散していない場合は○、飛散していた場合は×で示した。ここで、粉体トナーが飛散するのは、銅粉体が樹脂で被覆されていない場合、摩擦帯電による電荷が銅粉体から消失し、銅粉体が帯電した感光体上に吸着せずに、印刷機内で飛散することが原因である。

#### 【0021】

その結果を表 1 に示す。表 1 において、\*印を付したものは本発明の範囲外のものであり、それ以外は本発明の範囲内のものである。

#### 【0022】

【表 1】

	試料 番号	酸化 処理	シリカ被覆剤	加湿 処理	重合反応基	エッチング 耐性	印刷性
	1	あり	メトキシシラン	あり	メタクリル基	○	○
	2	なし	TEOS-アンモニア 水混合溶液	あり	メタクリル基	○	○
	3	あり	メトキシシラン	なし	メタクリル基	○	○
	4	あり	メトキシシラン	なし	メルカプト基	○	○
*	5	なし	なし	なし	メタクリル基	×	×
*	6	なし	なし	なし	メタクリル基	×	×

#### 【0023】

表 1 から明らかなように、銅粉体をシリカで被覆した後で、前記シリカで被覆した銅粉体表面に重合反応基を吸着させ、該重合反応基を介して、樹脂を被覆したもの（試料番号 1～4）では、エッチング耐性、および印刷性がすべて良好であった。

#### 【0024】

シリカで銅粉体を被覆し、前記シリカで被覆した銅粉体表面に樹脂を被覆することで、被覆した樹脂が容易に剥離しない銅粉体を得ることができることが分かった。

#### 【0025】

これに対して、本発明の範囲外である、銅粉体に直接、重合反応基を吸着させようとしたもの（試料番号 5～6）については、エッチング耐性、および印刷性が全て不良であり、銅粉体表面全面に樹脂が被覆していないことが分かった。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 導電性材料としての銅粉体に樹脂を被覆する工程が簡便であって、銅粉体に被覆した樹脂が容易に剥離しない樹脂被覆銅粉体の製造方法を提供する。

【解決手段】 銅粉体の表面をシリカで覆う工程と、前記シリカで覆った銅粉体の表面にシランカップリング剤を用いて重合反応基を吸着させる工程と、前記重合反応基を吸着させた銅粉体と、モノマーと、重合開始剤と、分散剤とを、溶媒中で混合し、前記重合反応基にモノマーを重合させて、前記シリカで覆われた銅粉体表面を重合樹脂で被覆する工程とを有する。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 3 - 3 5 4 0 9 9

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 6 2 3 1 ]

- |          |                           |
|----------|---------------------------|
| 1. 変更年月日 | 1 9 9 0 年 8 月 2 8 日       |
| [変更理由]   | 新規登録                      |
| 住 所      | 京都府長岡京市天神二丁目 2 6 番 1 0 号  |
| 氏 名      | 株式会社村田製作所                 |
|          |                           |
| 2. 変更年月日 | 2 0 0 4 年 1 0 月 1 2 日     |
| [変更理由]   | 住所変更                      |
| 住 所      | 京都府長岡京市東神足 1 丁目 1 0 番 1 号 |
| 氏 名      | 株式会社村田製作所                 |